

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 745 702 B1**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
10.07.2002 Patentblatt 2002/28

(51) Int. Cl. 7: **C25D 13/22**

(21) Anmeldenummer: 96108695.6

(22) Anmeldetag: 31.05.1996

(54) **Vorrichtung zur elektrophoretischen Beschichtung von Substraten**

Apparatus for electrophoretic coating of substrates

Dispositif pour le revêtement électrophorétique de substrats

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
CH DE DK FR GB IT LI NL

(30) Priorität: 03.06.1995 DE 19520458

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
04.12.1996 Patentblatt 1996/49

(73) Patentinhaber: Forschungszentrum Jülich GmbH  
52425 Jülich (DE)

(72) Erfinder:  
• Hruschka, Martin, Dr.  
8600 Dübendorf (CH)

• Malléner, Werner, Dr.  
40477 Düsseldorf (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

DE-A- 2 038 325

GB-A- 970 508

US-A- 3 471 389

US-A- 4 210 505

- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 18, no. 517 (C-1254), 20. September 1994 & JP-A-06 173096 (ARUMETSUKUSU KIK), 21. Juni 1994,
- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no. 038 (C-0800), 9. November 1990 & JP-A-02 274899 (TOYODA GOSEI CO LTD), 9. November 1990,

EP 0 745 702 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

1

EP 0 745 702 B1

2

**Beschreibung**

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

[0002] Elektroden (hier: Hauptelektroden genannt) zur Erzeugung eines homogenen elektrischen Feldes sind in der Regel planparallel angeordnet, d. h. es handelt sich um flächenförmige Elektroden, deren Flächen zueinander parallel liegen.

[0003] Eine derartige Vorrichtung wird zur Herstellung von Formkörpern aus Keramik (EP 0 424 673 B1) oder zur Herstellung von Membranen zur Mikrofiltration, Ultrafiltration und Umkehrosmose (EP 0 388 330 B1) auf elektrisch leitenden Substraten mittels elektrophoretischer Abscheidung eingesetzt. Des weiteren ist aus "Tatsumi Ishihara et al., Electrophoretic deposition of stabilized zirconia for solid oxide fuel cells, Proceedings of the third International Symposium on Solid Oxide Fuel Cells, 65 - 73 (1992)" bekannt, gasdichte Oxidkeramik-Schichten (Yttrium stabilisiertes Zirkoniumdioxid) auf porösen platinlierten Keramiksubstraten mittels elektrophoretischer Abscheidung in einer derartigen Vorrichtung herzustellen.

[0004] In den bekannten Vorrichtungen zur elektrophoretischen Abscheidung von keramischen Partikeln befindet sich eine Suspension, in der das abzuscheidende Pulver dispergiert ist, und ein zu beschichtendes Trägersubstrat.

[0005] Die Suspension wird durch konventionelle chemische und/oder mechanische Dispergierverfahren unter Verwendung einer Kombination aus handelsüblichen Dispersionsmitteln, Dispergiermitteln und Bindemitteln zusammen mit dem zu verarbeitenden Pulver hergestellt. Das zu verarbeitende Pulver kann auch durch chemische Verfahren erst in der Suspension aus Vorläufersubstanzen gebildet werden. Bei der Herstellung werden die Suspensionen in der Regel auf eine betragsmäßig hohe, wirksame Oberflächenladung (Zetapotential) hin optimiert. Die elektrophoretische Abscheidung kann noch, je nach Zielsetzungen (z.B. gute Verarbeitbarkeit, hohe oder niedrige Abscheideraten, Verträglichkeit), eine Optimierung zum Beispiel der Partikelkonzentration, der Viskosität, des Dispersionsmittels oder der Kombination der Zusatzstoffe erfordern. Bei dem zu verarbeitenden Pulver handelt es sich in der Regel um ein keramisches Pulver oder um eine Kombination aus mehreren keramischen Pulvern.

[0006] Bei den bekannten Vorrichtungen zur Beschichtung von Trägersubstraten werden in der Regel elektrisch leitende Substrate eingesetzt. Diese elektrische Leitfähigkeit wird durch die Verwendung von elektrisch leitenden Materialien oder durch eine geeignete Vorbehandlung (z. B. Platinieren, Sputtern) erzeugt.

[0007] Problematisch ist jedoch die Beschichtung nichtleitender Substrate. Die für die Elektrophorese entscheidende elektrische Abscheidefeldstärke muß wesentlich erhöht werden, so daß sie das Trägersubstrat durchdringt und an der Grenzfläche Trägersubstrat-

Suspension eine ausreichende Stärke (effektive Feldstärke) besitzt. Durch die hohe elektrische Feldstärke treten allerdings erhebliche Probleme bei der Abscheidung auf. Zum einen kommt es bei der Verwendung von wäßrigen Suspensionen zur Entwicklung von Wasserstoff und Sauerstoff (Elektrolyse). Diese Gasentwicklung stellt ein Gefährdungspotential dar und stört zusätzlich auch die Abscheidung. Dieses Problem kann durch die Verwendung von wasserfreien Suspensionen gelöst werden.

[0008] Zum anderen hat sich gezeigt, daß bei Anlegen hoher Feldstärken zwecks elektrophoretischer Abscheidung auf elektrisch nichtleitenden Substraten inhomogene Beschichtungen entstehen.

[0009] Es ist Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung zu schaffen, die homogene Beschichtungen elektrisch nichtleitender Substrate mittels Elektrophorese ermöglicht.

[0010] Diese Aufgabe wird durch eine Vorrichtung gemäß Anspruch 1 gelöst.

[0011] Um ein Substrat innerhalb des homogenen Bereiches des elektrischen Feldes derart anzuordnen, daß eine elektrophoretische Beschichtung des Substrates durchführbar ist, ist es im Falle der Beschichtung mit positiv aufgeladenen Pulverpartikeln zweckmäßig, das Substrat in der Nähe oder auf der Kathode zwischen Anode und Kathode anzubringen. Die zu beschichtende Oberfläche ist dann der Anode zugewandt. Im Fall der Beschichtung mit negativ geladenen Teilchen befindet sich das Substrat entsprechend bei der Anode. Eine homogene Beschichtung der Oberfläche ist insbesondere dann gewährleistet, wenn die zu beschichtende Oberfläche im wesentlichen senkrecht zu den Feldlinien angeordnet ist.

[0012] Als besonders einfach zu handhabendes Mittel zur Optimierung des homogenen elektrischen Feldes bei in der Vorrichtung angeordnetem Substrat ist eine Einrahmung für das Substrat vorgesehen. Unter Einrahmung ist ein um die zu beschichtende Fläche gelegter Rahmen zu verstehen, der sich zur Vermeidung von Störeffekten insbesondere unmittelbar an das Substrat anschließen sollte. Die Homogenität wird durch die Dielektrizitätskonstante des Materials beeinflusst. Daher ist das Material des Rahmens derart geeignet zu wählen, daß es eine ähnliche Dielektrizitätskonstante aufweist, wie das Substrat.

[0013] Die dielektrischen Eigenschaften von Rahmen und Substrat sollten zur Erzielung der gewünschten Homogenität vergleichbar sein. Grundsätzlich gilt folglich: Je ähnlicher die Dielektrizitätskonstanten von Substrat und Rahmen, desto besser die gewünschte Homogenität bei gleicher Dicke des Rahmens und des Substrates. Das optimale Material zur Erzielung der gewünschten Homogenität kann experimentell oder durch Simulationsrechnung ermittelt werden.

[0014] Dieser Grundsatz gilt insbesondere, wenn die Oberflächen der Hauptelektroden mit der vom Rahmen beanspruchten Fläche übereinstimmen. Vorteilhaft

3

EP 0 745 702 B1

4

schließt der Rahmen mit dem Substrat dann bündig ab und befindet sich unmittelbar auf einer der Elektroden.

[0015] Die beanspruchte Fläche des Rahmens ist zur Verbesserung der Homogenität sehr viel größer als die zu beschichtende Fläche des Substrats. Sie sollte mindestens 20% größer sein. Auch die Elektrodenoberflächen der Hauptelektroden sind dann aus gleichem Grunde vorteilhaft größer als die zu beschichtende Fläche.

[0016] Als weiteres Mittel zur Optimierung des homogen elektrischen Feldes bei in der Vorrichtung angeordnetem Substrat sind Hilfelektroden mit separat regelbaren elektrischen Spannungen geeignet.

[0017] Eine oder mehrere Hilfelektroden sind vorteilhaft seitlich des Substrats bzw. Rahmens vorgesehen. Besonders geeignet zur Verbesserung der Homogenität des Feldes ist eine ringförmige Anordnung von Hilfelektroden, bzw. eine ringförmige Hilfeelektrode um das Substrat herum.

[0018] Wenn das Substrat z. B. auf der Kathode angebracht ist, wird die Homogenität des elektrischen Feldes weiter verbessert, wenn die Anode eine größere Fläche als die Kathode aufweist. Umgekehrt verhält es sich, wenn sich das Substrat auf der Anode befindet. Ebenfalls sollte dann, zwecks weiterer Verbesserung der Homogenität, die zu beschichtende Fläche des Substrats mit der Fläche der Elektrode, auf der sich das Substrat befindet, übereinstimmen.

[0019] Die optimale Anordnung der Haupt- und Hilfelektroden bei in der Vorrichtung angeordnetem Substrat sowie die anzulegenden Spannungen können durch Simulationsrechnung oder durch Experimentieren ermittelt werden.

[0020] Es zeigen:

Fig. 1: Abscheidevorrichtung mit Einrahmung (Maske)

Fig. 2: Abscheidevorrichtung mit Hilfelektroden

[0021] Figur 1 zeigt eine Vorrichtung, in der ein Substrat eingebracht ist, welches mit positiv geladenen Teilchen beschichtet werden soll. Zu diesem Zweck befindet sich in der Vorrichtung eine Suspension mit positiv geladenen Teilchen. Schwerkraftbedingt liegt das Substrat auf der Kathode auf. Die Kathode ist flächenförmig und weist eine deutlich größere Elektrodenoberfläche als die Grundfläche des Substrats auf. Des Weiteren ist das Substrat durch eine Maske eingerahmt. Diese Einrahmung besitzt ähnliche dielektrische Eigenschaften wie das Substrat. Der Kathode gegenüberlegend ist eine Anode mit gleicher Elektrodenoberfläche angeordnet, und zwar derart, daß das Substrat dazwischen liegt.

[0022] Dieser Aufbau hat zur Folge, daß die zu beschichtende Oberfläche des Substrats sich im homogenen Bereich des elektrischen Feldes befindet. Die Vorrichtung ermöglicht dadurch eine gleichmäßige homogene Beschichtung des Substrats.

[0023] Figur 2 zeigt einen vergleichbaren Aufbau wie

Figur 1. Es sind jedoch Hilfelektroden (alternativ zur Einrahmung) vorgesehen. Diese Hilfelektroden sind seitlich sowie ringförmig um das Substrat angeordnet. Nicht dargestellt ist eine regelbare Spannungsquelle für die Hilfelektroden, mit deren Hilfe die Homogenität des elektrischen Feldes beeinflußt werden kann.

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur elektrophoretischen Beschichtung von elektrisch nicht leitenden Substraten mit einem keramischen Pulver

- mit zwei Hauptelektroden zur Erzeugung eines homogenen elektrischen Feldes,
- mit einer Anordnung des elektrisch nicht leitenden Substrates innerhalb des homogenen Bereiches des elektrischen Feldes bei der Kathode oder der Anode,
- mit einer Oberfläche des Substrats, die im wesentlichen senkrecht zu den Feldlinien des elektrischen Feldes angeordnet ist,
- mit einer Einrahmung für das elektrisch nicht leitende Substrat als Mittel zur Optimierung der Homogenität des elektrischen Feldes bei in der Vorrichtung angeordnetem Substrat, wobei Einrahmung und Substrat die gleiche oder zumindest ähnliche Dielektrizitätskonstanten aufweisen und die Fläche der Einrahmung wenigstens 20% größer als die zu beschichtende Fläche des Substrats ist.

2. Vorrichtung nach vorhergehendem Anspruch, gekennzeichnet durch Elektrodenoberflächen der Hauptelektroden, die gleich der von der Einrahmung beanspruchten Fläche sind.

3. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch Hilfelektroden als Mittel (3) zur Optimierung der Homogenität des elektrischen Feldes bei in der Vorrichtung angeordnetem Substrat.

4. Verwendung einer Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur elektrophoretischen Beschichtung von Substraten.

#### Claims

1. Device for electrophoretic coating of electrically non-conducting substrates with a ceramic powder

- with two main electrodes for generating a homogeneous electric field,

3

5

EP 0 745 702 B1

6

- with an arrangement of the electrically non-conducting substrate within the homogeneous region of the electric field by the cathode or the anode,
  - with a surface of the substrate that is arranged substantially perpendicular to the field lines of the electric field,
  - with a frame for the electrically non-conducting substrate as means for optimising the homogeneity of the electric field with substrate arranged in the device, whereby the frame and the substrate have the same or at least similar dielectric constants and the area of the frame is at least 20% larger than the area of the substrate to be coated.
2. Device according to the previous claim, characterised in that it has electrode surfaces of the main electrodes that are equal to the area claimed by the frame.
3. Device according to one of the previous claims, characterised in that it has auxiliary electrodes as means (3) for optimising the homogeneity of the electric field with substrate arranged in the device.
4. Use of a device according to one of the previous claims for electrophoretic coating of substrates.

#### Revendications

1. Dispositif pour le revêtement électrophorétique de substrats électroconducteurs avec une poudre céramique
- avec deux électrodes principales pour la génération d'un champ électrique homogène,
  - avec une disposition du substrat non électroconducteur à l'intérieur de la zone homogène du champ électrique sur la cathode ou sur l'anode,
  - avec une surface du substrat, qui est disposée sensiblement perpendiculairement aux lignes du champ électrique,
  - avec un encadrement pour le substrat non électroconducteur comme moyen pour optimiser l'homogénéité du champ électrique avec le substrat disposé dans le dispositif, l'encadrement et le substrat présentant des constantes diélectriques identiques ou au moins similaires et la surface de l'encadrement étant supérieure d'au moins 20% à la surface du substrat à recouvrir.
2. Dispositif selon la revendication précédente, caractérisé par des surfaces d'électrodes des électrodes principales, qui sont identiques à la

surface sollicitée par l'encadrement.

3. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé par des électrodes auxiliaires comme moyen (3) pour l'optimisation de l'homogénéité du champ électrique avec un substrat disposé dans le dispositif.
4. Utilisation d'un dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes pour le revêtement électrophorétique de substrats.

EP 0 745 702 B1

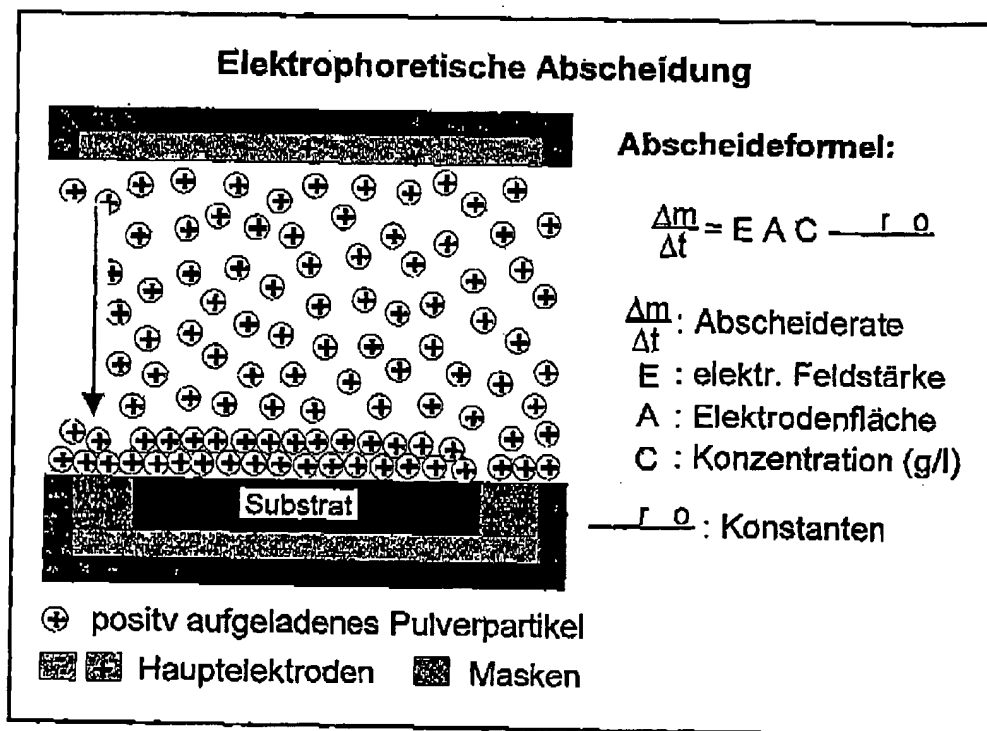


Fig. 1

EP 0 745 702 B1

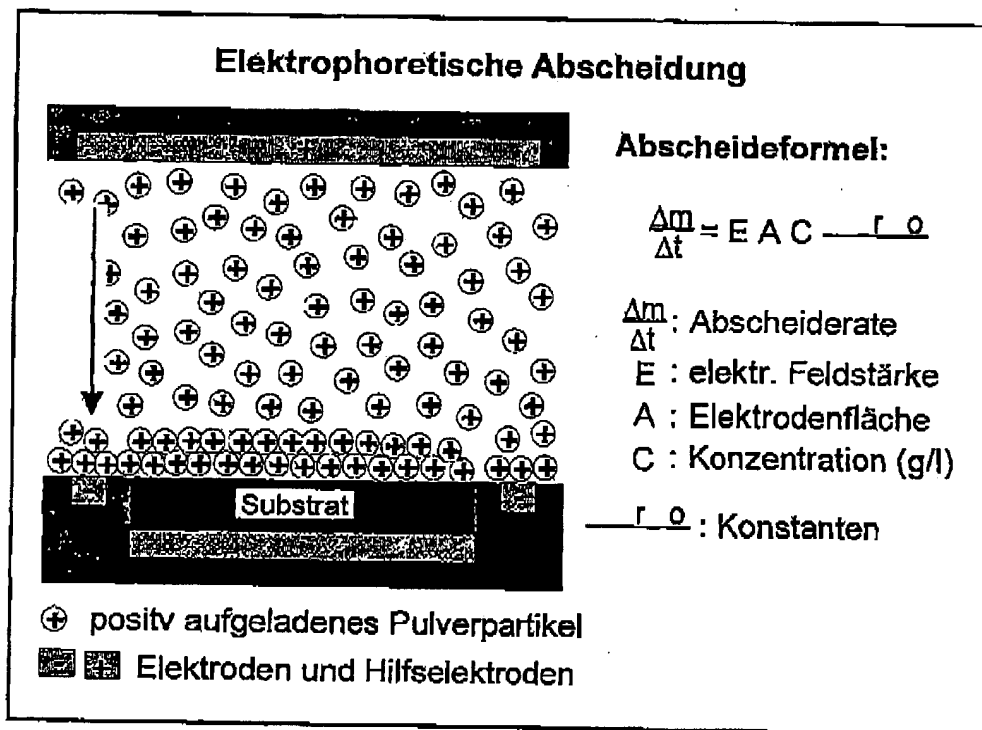


Fig. 2